

Forgó mágneses mező hatása a Sn-Cd peritektikus ötvözet kristályosodására

A peritektikus típusú ötvözeteket az ipar nagy mennyiségben használja. Ebbe a típusba tartozik a karbonacélok egy része (0,5 t% karbon tartalomig), a Ni-Al, Fe-Ni, Ti-Al, Cu-Sn és Cu-Zn ötvözetek.

A forgó mágneses mezőt alkalmazó irányított kristályosodási kísérleteknél megfigyelhető, hogy az olvadákáramlásnak jelentős hatása van az Sn-Cd ötvözet kristályosodására. Ezt a hatást vizsgáltuk SnCd1,6 t% hiperperitektikus ötvözet esetében. A kísérleteket az MTA – ME Anyagtudományi Kutatócsoportja által kifejlesztett Crystallizer with High Rotating Magnetic Field (CHRMF) berendezésben hajtottuk végre. A megolvasztott ötvözetet állandó nagyságú forgó mágneses mező segítségével áramoltattuk a kristályosodás befejeződéséig. Mágneses tér alkalmazása nélkül oszlopos, cellás mikroszerkezet alakult ki. A forgó mágneses tér hatására az oszlopos szerkezet felbomlott és jelentős makrodúsulás alakult ki mind radiális, mind axiális irányban. A mikroszerkezet jellemzésére pásztázó elektronmikroszkópos (SEM) és energiadiszperzív spektrométeres (EDS) vizsgálatokat végeztünk.

Bevezetés

A fémekkel és fémötvözetekkel szemben az ipar egyre nagyobb és egyre összetettebb igényeket támaszt. A fémek és fémötvözetek kristályosodása során a fémolvadékban a hőmérséklet- és koncentrációkülönbségek miatt sűrűségkülönbségek alakulnak ki, amelyek az olvadék áramlását eredményezik. Az olvadákáramlás intenzitása és jellege befolyásolja a

kristályosodott fémötvözet szövetszerkezetét és tulajdonságait. Az áramlásokat forgó mágneses mező segítségével irányított kristályosítás keretében kontrollálni lehet.

Jól ismert, hogy a forgó mágneses mező nagyban befolyásolja a mikros- és makrodúsulást a fémötvözetekben. A forgó és haladó mágneses mező más-más kristályosodott szerkezetet eredményez, ugyanazon ötvözet esetében. A forgó mágneses mező (RMF) alkalmazása során irányított kristályosításnál érdekes jelensége-

ket tapasztaltak a kutatók [1–8]. Megállapították, hogy az RMF alkalmazása megváltoztathatja a fázisok morfológiáját a mikroszerkezetben, illetve jelentős makrodúsulást okozhat. A legtöbb ilyen vizsgálatot Al- [6] vagy Ni-alapú [7] szilárd oldat és eutektikus típusú ötvözetek [8,10,11] esetében végezték, csak néhány cikk szól a peritektikus ötvözetekben a mágneses mező (RMF) keverő hatásáról [12–15].

A tervezett kutatás célja a forgó mágneses mező hatásának megismerése az Sn-Cd hiperperitektikus ötvözet kristályosodására, illetve új ismeretek szerzése a mágneses mező keverő hatásáról.

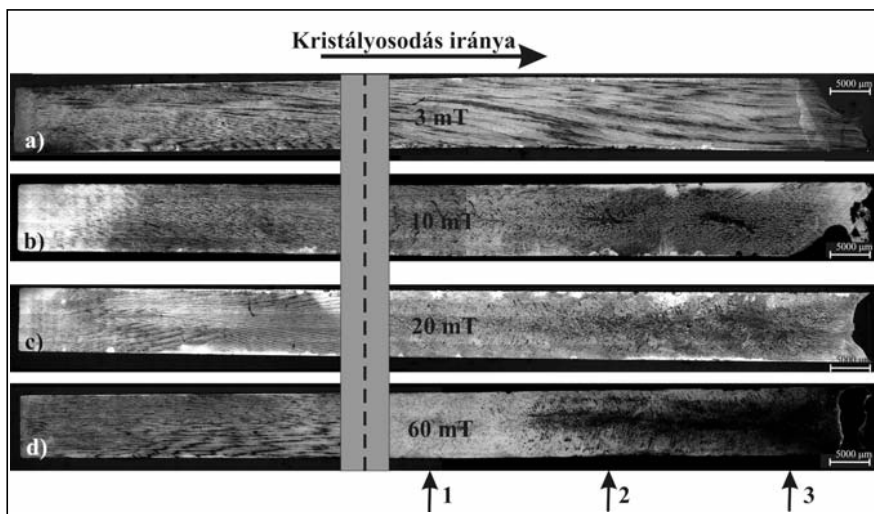
Kísérletek

A kristályosítási kísérletekhez használt kétalkotós SnCd1,6 t% ötvözetet indukciós olvasztással állítottuk elő, tiszta ónból (99,99 t%) és kadmiumból (99,95 t%), amelyből több lépésben rudat készítettünk. A kristályosított próbák átmérője 8 mm, hossza 100 mm volt. Az egyirányú kristályosítási kísérletek a korábban már részletesen ismertetett, az MTA – ME Anyagtudományi Kutatócsoportja által kifej-

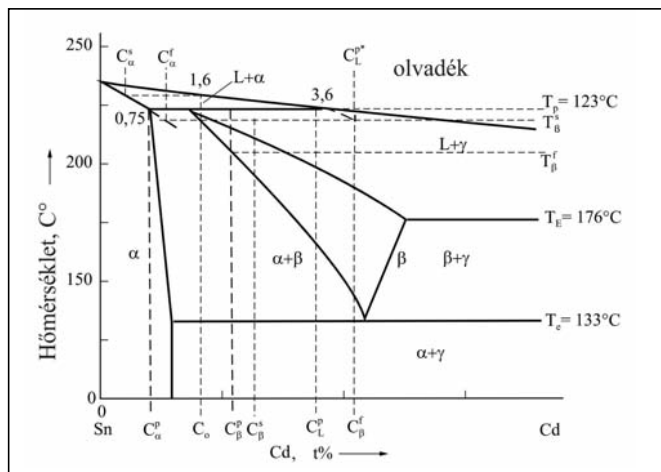
Dr. Svéda Mária és **dr. Sycheva Anna** szakmai életrajzát 2014/2. számunkban közöltük.

Kovács Jenő a Miskolci Egyetemen 1993-ban gépészmérnök, majd 1996-ban kohómérnök oklevelet szerzett. 1999 szeptemberétől az MTA-ME Anyagtudományi Kutatócsoportban dolgozik, mint tudományos segédmunkatárs. Az alumíniumötvözetek forgó és haladó mágneses térben történő kristályosítását végzi. Érdeklődési területei: kristályosítás, képelemzés, mikroszerkezeti vizsgálatok.

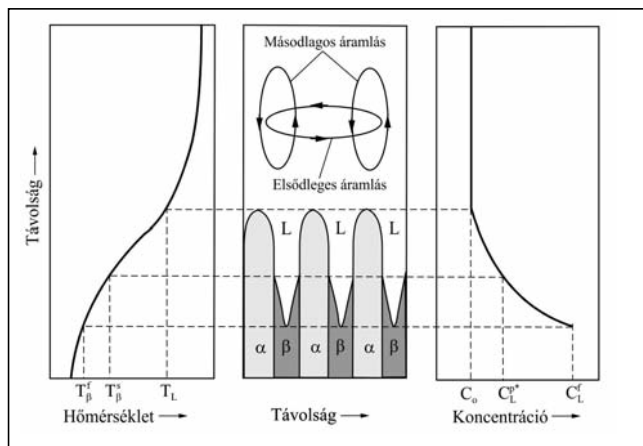
Dr. Rónaföldi Arnold 1971-ben diplomázott a Budapesti Műszaki Egyetem Villamosmérnöki Karán. PhD-fokozatát a Miskolci Egyetemen szerezte. Jelenleg a Miskolci Egyetem Villamosmérnöki Intézetben oktat, mint címzetes egyetemi tanár, illetve az MTA-ME Anyagtudományi Kutatócsoport tudományos főmunkatársa. Kutatási területe fémolvadékok mágneses térrel való áramoltatása.



■ 1. ábra. SnCd1,6 ötvözet makroszerkezete $G=6$ K/mm, $v=0,02$ mm/s, a) 3 mT; b) 10 mT; c) 20 mT; d) 60 mT



■ 2. ábra. Sn-Cd egyensúlyi fázisdiagram [16]



■ 3. ábra. Hőmérséklet-eloszlás, mikroszerkezet, koncentrációeloszlás az olvadékból kristályosodás közben

lesztett Crystallizer with High Rotating Magnetic Field (CHRMF) berendezésben történtek [10]. A megolvasztott ötvözetet állandó nagyságú forgó mágneses mező segítségével áramoltattuk a kristályosodás befejeződéséig. A próbadarabok első 40 mm-e mágneses keverés nélkül kristályosodott, majd ezt követően bekapcsoltuk a mágneses teret, amely az összes maradék olvadékot keverte a kristályosodás során. A mágneses indukció 3, 10, 20, 60 mT, a forgó mágneses tér 50 Hz frekvenciájú, a mágneses Taylor szám $Ta=1,45 \cdot 10^3$, $1,6 \cdot 10^4$, $6,4 \cdot 10^4$, $5,8 \cdot 10^5$, a hőmérséklet gradiens $G = 6 \text{ K/mm}$, a próba mozgatási sebessége $v = 2 \cdot 10^{-2} \text{ mm/s}$ ($G/v=3 \cdot 10^2 \text{ Ks/mm}^2$, $G \cdot v=1,2 \cdot 10^{-1} \text{ K/s}$) volt. A kristályosított próbát a hossz tengelye mentén elvágtuk, csiszoltuk, políroztuk és 4%-os Nitálban marattuk. Az próbadarabokon fény- és pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatokat végeztünk. A Cd-koncentrációt a HITACHI S-4800 pásztázó elektronmikroszkóphoz kapcsolt BRUKER AXS típusú EDS mikroszondával mértük, etalon nélkül.

Eredmények, következtetés

Mikroszerkezet

A hosszcsiszolatok szerkezetéről készült makrofotókat az 1. ábra mutatja. Az ábrán megfigyelhető, hogy a próbadarabok első 40 mm-es nem kevert részén irányított oszlopos (cellás) szerkezet alakult ki, hasonlóan az irodalomban található eredményekhez [16].

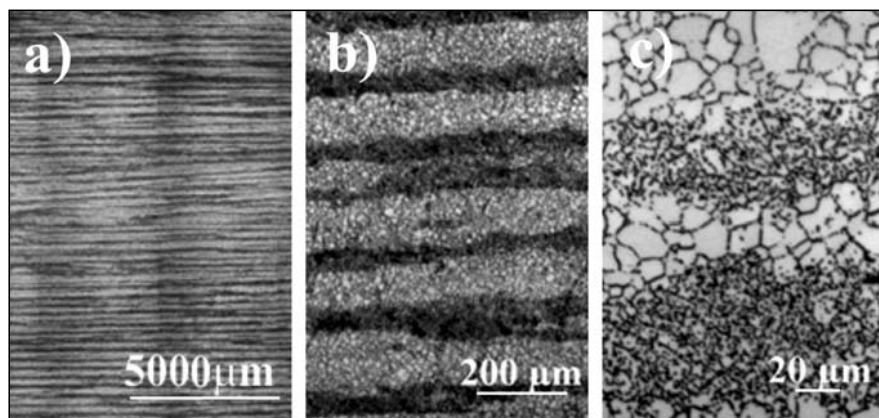
Az olvadékból primeren az α -fázis (Sn-alapú primer szilárd oldat) cellái

(világos területek az ábrákon), majd ezt követően a cellák között közvetlenül az olvadékból jelentős túlhűléssel (T_β^s hőmérsékleten) β (CdSn_4 alapú szekunder szilárd oldat, sötétebb területek az ábrákon) vegyület kezdett kristályosodni. A β -fázis kristályosodása T_β^f hőmérsékleten fejeződik be. Mindkét fázisban jelentős koncentrációkülönbség alakul ki a fázis közepe és széle között, mert a szilárd fázisban a diffúzió lassú. A peritektikus folyamat ugyanezen ok miatt gyakorlatilag elmaradt. A lehűlés során a CdSn_4 vegyületből először α -fázis vált ki (egyensúlyban az 1,6 t% Cd-tartalmú ötvözet a T_e eutektoidos hőmérsékleten 66 t% Sn-t és 34 t% CdSn_4 vegyületet tartalmaz), majd a maradék vegyület eutektoidos folyamatban $\alpha+\gamma$ fázisokká bomlott. A γ -fázis Cd-alapú szilárd oldat (2. ábra) [17]. Kristályosodás közben a kialakuló mikroszerkezetet, a hőmérséklet-eloszlást és az olvadékból a koncentrációeloszlást a 3. ábra szemlélteti. A cellák tövében (a kristályosodás végén) az

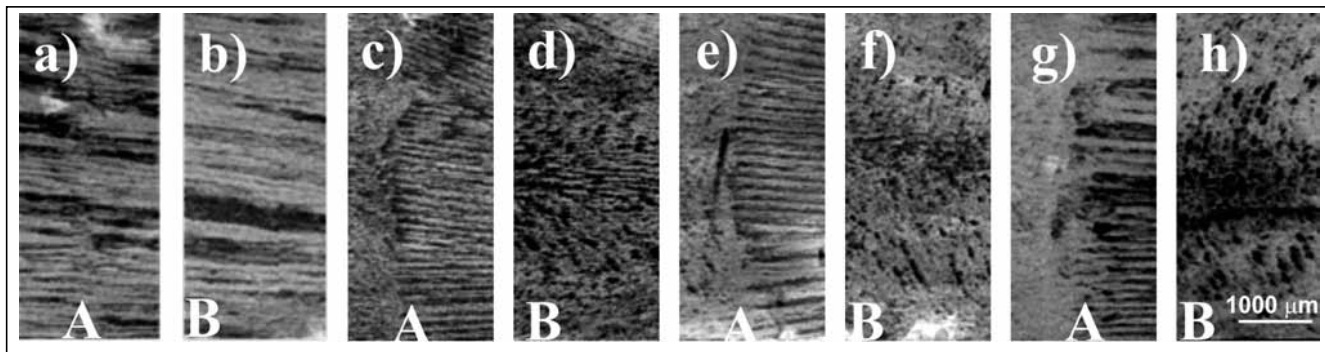
olvadék koncentrációja sokkal nagyobb (C_L^f), mint a cellák előtt, ahol feltételezve, hogy nincs áramlás, a koncentráció megegyezik az ötvözet C_0 koncentrációjával.

A 4a, 4b és 4c ábrákon nagyobb nagyításban látható az irányított oszlopos szerkezet. A 4c ábrán látható nagy nagyítású felvételen a fekete részecskék a Cd-fázis részecskéi. A primeren kristályosodott túltelített Sn-cellákban a kisszögű szemcsehatárok mentén szintén Cd vált ki, láthatóvá téve a kisszögű szemcsehatárokat.

Az 5. ábra a cellákra merőleges irányban mért koncentrációeloszlást szemlélteti. Az Sn-cellákban (világos területek) a Cd-koncentráció a névleges érték körüli, míg a cellák között 5–7 t%. Ez utóbbi érték is arra utal, hogy a peritektikus folyamat nem ment végbe, a kristályosodás a CdSn_4 vegyületfázis keletkezésével ért véget. (Megjegyzendő, hogy a mérés etalon nélkül történt, ezért a mért értékek csak tájékoztató jellegűek.)



■ 4. ábra. A keverés nélküli rész cellás szerkezete különböző nagyításokban



■ **6. ábra.** A keverés hatása a mikroszerkezetre, a: 3 mT, A; b: 3 mT, B; c: 10 mT, A; d: 10 mT, B; e: 20 mT, A; f: 20 mT, B; g: 60 mT, A; h: 60 mT, B, ahol: A: kevert/nem kevert fázishatár, B: kevert rész

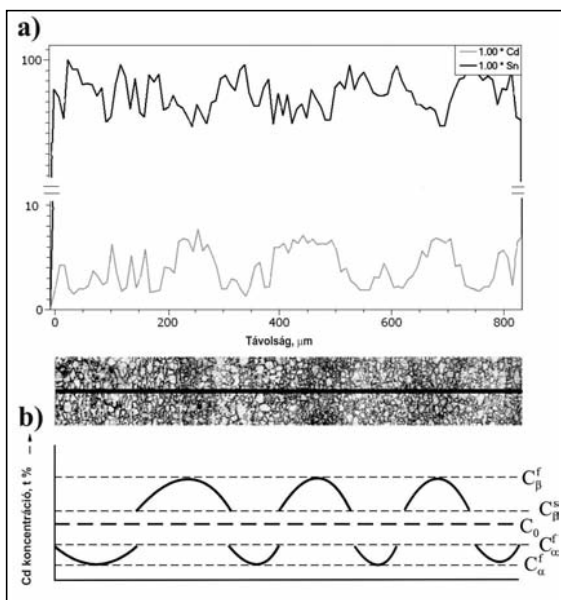
A 6a, c, e, g ábrák a kevert és nem kevert részek közötti átmeneti zónát, míg a 6b, d, f, h ábrák a kevert részek szerkezetét szemléltetik 3, 10, 20 és 60 mT esetén. 3 mT-val való keverés során az irányított szerkezet nem

bomlott fel. 10, 20 és 60 mT-val történt keverés esetében az oszlopos szerkezet felbomlott, a kevert részekben ekvixiális szerkezet alakult ki, és létrejött az egyéb kísérleteknél már tapasztalt „karácsonyfa” mikroszerkezet [10]. A 7. ábra a kevert részben kialakult „karácsonyfa” jellegű mikroszerkezetet mutatja nagyobb nagyításban (60 mT). Az ábrán a világosabb területek a primeren kristályosodott Sn szilárd oldatból, a „karácsonyfa” szakadozott ágai (söté-

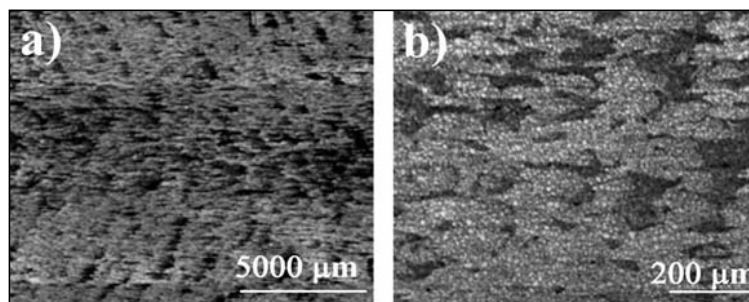
tebb foltok) a kristályosodás végén keletkezett és a lehűlés során eutektoidosan átalakult CdSn_4 vegyületből állnak.

Makrodúsulás

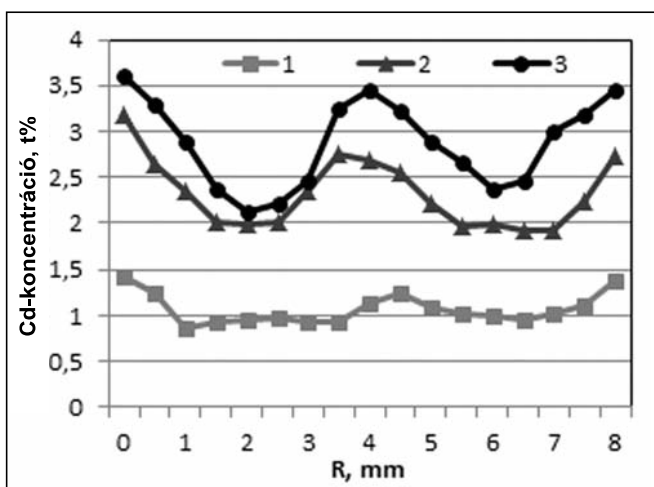
Az olvadékból a forgó mágneses tér hatására kétféle áramlás alakul ki. Az olvadék áramlik a próba tengelye körül (primer áramlás) és a tengellyel párhuzamosan is (szekunder áramlás, 3. ábra). A primer áramlás sebessége egy nagyságrenddel nagyobb, mint a szekunder áramlásé [15]. A primer áramlás hatására a nagyobb koncentrációjú olvadék a próba ten-



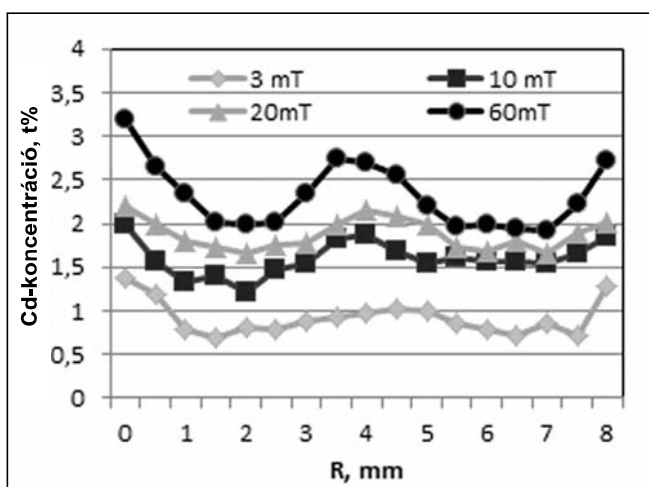
■ **5. ábra.** A koncentrációeloszlás a cellákban a nem kevert részben



■ **7. ábra.** A kevert részben kialakult karácsonyfa mikroszerkezet



■ **8. ábra.** Cd-koncentrációeloszlás a sugár függvényében az 1. ábrán jelzett 1, 2, 3 helyeken (B=60 mT).



■ **9. ábra.** Cd-koncentrációeloszlás a sugár függvényében az 1. ábra 2-vel jelzett helyén különböző B értékek esetén

gelye irányába áramlik, ott az olvadék feldúsul, létrehozva a „karácsonyfa” törzsét és az ágakat. A 8. ábrán a Cd-koncentráció eloszlása látható a sugár függvényében az 1. ábrán jelzett 1, 2, és 3 helyeken ($B=60$ mT). A tengelyhez közel és a próba szélén a koncentráció jelentősen nagyobb, mint a fésűsugar környékén a 2 és 3 jelű helyeken. Az 1-gyel jelölt hely közel van a keverés bekapcsolásának helyéhez, itt a különbség sokkal kisebb, mint a bekapcsolás helyétől távolabb levő 2 és 3 helyeken. Ezt a jelenséget eddig hasonló kísérletek során nem tapasztaltuk, Al-ötvözetek esetében a darab szélén volt a legkisebb a koncentráció [10].

A szekunder áramlás hatására a kadmiumban dúsabb olvadék a tengely mentén felfelé áramlik, helyére kadmiumban szegényebb olvadék kerül. Ennek eredményeként távolodva a keverés bekapcsolásának helyétől az átlagkoncentráció, valamint a darab közepe és a fésűsugar koncentrációjának különbsége is folyamatosan nő. A mágneses indukció növekedésével a keverés intenzitása is nő, adott helyen (a 9. ábrán a próbák 2-vel jelölt helye) nő az átlagos koncentráció.

Következtetés

SnCd1,6 ötvözetet 0,02 mm/s próba mozgató sebességgel, 6 K/mm hőmérséklet-gradienssel kristályosítva, oszlopos, cellás mikroszerkezet alakul ki. RMF-fel keverve az olvadékokat, 3 mT mágneses indukció esetén az oszlopos szerkezet megmarad, 10 mT vagy annál nagyobb mágneses indukció esetében ekvixiális mikroszerkezet kristályosodik. Kialakul az ún. „karácsonyfa” mikroszerkezet. Az olvadék áramlásának hatására a próba közepén és szélén jelentősen nagyobb a koncentráció, mint a fésűsugaránál. A szekunder áramlás eredményeként távolodva a keverés bekapcsolásának helyétől, az átlag koncentráció, valamint a darab közepe és a fésűsugar koncentrációjának különbsége is folyamatosan nő.

Köszönetnyilvánítás

A cikkben ismertetett kutatómunka a

TÁMOP-4.2.1.B-10/2/KONV-2010-0001 projekt eredményeire alapozva a TÁMOP-4.2.2.A-11/1/KONV-2012-0019 jelű projekt részeként – az Új Széchenyi Terv keretében – az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával valósult meg.

Irodalom

- [1] W. A. Tiller, K. A. Jackson, J. W. Rutter and B. Chalmers: The redistribution of solute atoms during the solidification of metals, *Acta Metallurgica*, Vol. 1. July (1953) 428–437.
- [2] M. Hainke, J. Friedrich, G. Müller: Numerical study on directional solidification of AlSi alloys with rotating magnetic fields under microgravity conditions, *Journal of Materials Science*, 39, (2004) 2011–2015.
- [3] S. Steinbach, L. Ratke: The effect of rotating magnetic fields on the microstructure of directionally solidified Al–Si–Mg alloys, *Materials Science and Engineering A* 413–414 (2005) 200–204.
- [4] F. D. Bai, M. H. Sha, T. J. Li, L. H. Lu: Influence of rotating magnetic field on the microstructure and phase content of Ni–Al alloy, *Journal of Alloys and Compounds* 509 (2011) 4835–4838.
- [5] Z. Chen, X. L. Wen, C. L. Chen: Fluid flow and microstructure formation in a rotating magnetic field during the directional solidification process, *Journal of Alloys and Compounds* 491 (2010) 395–401.
- [6] J. J. Guo, X. Z. Li, Y. Q. Su, S. P. Wu, H. Z. Fu: Formation mechanism of band structure and phase selection during directional solidification of peritectic alloys, *Acta Metallurgica Sinica*. 41 (2005) 599–604.
- [7] H. Yasuda, N. Notake, K. Tokieda, I. Ohnaka: Periodic structure during unidirectional solidification for peritectic Cd–Sn alloys, *Journal of Crystal Growth* 210 (2000) 637–645.
- [8] R. Trivedi, J. S. Park: Dynamics

of microstructure formation in the two-phase region of peritectic systems, *Journal of Crystal Growth* 235 (2002) 572–588.

- [9] A. Noeppel, A. Ciobanas, X. D. Wang et al.: Influence of forced/natural convection on segregation during the directional solidification of Al-based binary alloys, *Metallurgical and Materials Transactions B* 41(1), 2010, pp. 193–208.
- [10] A. Rónaföldi, J. Kovács, A. Roósz: Investigation and visualisation of melt flow under rotating magnetic field, *Transactions of the Indian Institute of Metals* (2–3) pp. 213–18. (2007)
- [11] B. Frago, H. Santos: Effect of a rotating magnetic field at the microstructure of an A354, *Journal of Materials Research and Technology*, 2 (2) (2013) 100–109.
- [12] L. Wang, J. Shen, Z. Shang, H. Fu: Preparation of gradient material in Sn–Cd peritectic alloy using rotating magnetic field, *Journal of Crystal Growth* 375 (2013) 32–38.
- [13] L. Wang, J. Shen, L. Qin, Z. Feng, L. Wang, H. Fu: The effect of the flow driven by a travelling magnetic field on solidification structure of Sn–Cd peritectic alloys, *Journal of Crystal Growth* 356 (2012) 26–32.
- [14] L. Wang, J. Shen, Z. Feng, H. Fu: Effect of rotating magnetic field on microstructure formation of directionally solidified Sn–1.6 Cd peritectic alloy, *Applied Physics A* 113 (2013) 177–183.
- [15] G. Zimmermann, A. Weiss, Z. Mbaya: Effect of forced melt flow on microstructure evolution in AlSi7Mg0.6 alloy during directional solidification, *Materials Science and Engineering A*, 413–414 (2005) 236–242.
- [16] W. J. Boettinger: The structure of directionally solidified two-phase Sn–Cd peritectic alloy, *Met. Trans* 5, (1974) 2023–2031.
- [17] W. T. Pell-Walpole: In *Metals Handbook*, pp. 1189–1190, ASM, Cleveland, 1948